

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07207166** A

(43) Date of publication of application: **08** . **08** . **95**

(51) Int. CI

C08L101/10

(21) Application number: 06103042

(22) Date of filing: 17 . 05 . 94

(30) Priority:

03 . 12 . 93 JP 05304174

(71) Applicant:

ASAHI GLASS CO LTD

(72) Inventor:

WATABE TAKASHI YAMAMOTO HIROTSUGU

HIROSE MIKA DOI TAKAO HAYAKAWA KIYOKO

(54) ROOM TEMPERATURE CURING COMPOSITION

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a room temperature curing composition having high curing rate, quickly curable especially at a low temperature and useful as an elastic sealant, etc., by using a reaction product of a silicon compound and an organic tin compound as a curing catalyst.

CONSTITUTION: This room temperature curing composition contains (A) 100 pts.wt. of an organic polymer containing one or more Sicontaining groups containing Si atom bonded to OH and/or hydrolyzable

group in one molecule on the average of the whole molecules and (B) 0.01-10 pts.wt. of a curing catalyst produced by reacting (i) an Si compound containing Si atom bonded to OH and/or hydrolyzable group with (ii) an organic tin compound. The component A is preferably produced by using (C) a double metal cyanide complex, concretely a complex composed mainly of zinc hexacyanocobaltate as a catalyst and a derivative of a polyoxyalkylene polymer having a number-average molecular weight of $_{\underline{\approx}}5,000$ (concretely ethylene oxide, etc.) and produced by polymerizing an alkylene oxide as an initiator.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-207166

(43)公開日 平成7年(1995)8月8日

(51) Int.Cl.6

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C 0 8 L 101/10

LTB

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平6-103042

(71)出願人 000000044

旭硝子株式会社

(22)出願日

平成6年(1994)5月17日

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(31)優先権主張番号 特願平5-304174

(32)優先日

平5(1993)12月3日

(33)優先権主張国 日本(JP)

(72)発明者 渡部 崇

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72)発明者 山本 博嗣

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72)発明者 廣瀬 美加

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 泉名 謙治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 室温硬化性組成物

(57)【要約】

【構成】少なことも1個の加水分解性ケイ素基を有する ポリオキシフロビレン系重合体100重量部と、硬化触 媒としての、ジーnープチルスズジラウレート等の有機 スズ化合物とデトラエトキシシラン等の加水分解性ケイ 素基を有する低分子ケイ素化合物との反応物り、01~ 10重量部とを含有する室温硬化性組成物。

【効果】組成物が速く硬化し、特に低温での組成物の硬 化が速い

【特許請求の範囲】

【請求項1】水酸基及び不尺は加水分解性基の結合したケイ素原子を含むケイ素含有基を全分子平均で1分子当り1個以上有する有機重合体(A)及び、そり100重量部に対し、硬化触媒(B)として、水酸基及び不又は加水分解性基の結合しケイで素原子を含む低分子ケイ素化合物(C)と有機スプ化合物(D)との反応物を0.01~10重量部を含有することを特徴とする室温硬化性組成物

【請木項2】有機重合体(A)分、複合金属。アン化物 10 錯体(E)を触媒として開始剤にアルキンとサキュドを 重合させて得られる数平均分子量5000以上のエリア キ。アルキンと重合体(F)の誘導体である。請木項1 の室温硬化性組成物

【請末項3】複合全属、アド化物錯体(E)が、亜鉛でキサ、アイコバルデートを主成分とする錯体である、請求項目の室温硬化性組成物

【請求494】ボナオキ、アルキレン重合体(ドレル、エチレンオキンド、コロミレンオキンド及びプチンンオキンドから選ばれる小な。とも、1種のアルキレンオキシド 20を重合して得られる重合体である。請求項2の室温硬化性組成物

【請求項5】前記ケイ素含有基か、下記式(1)で示されるケイ素含有基でもる、請求項1~4から選ばれる1項に記載の室温硬化性組成物

【化1】 SiX, R5, · · · (1)

ただ」、式中R・ロ炭素数1~20の置換も1~は非置換の1価の炭化水素基、Xに水酸基又は加水分解性基、 aは1、2又は3である。

【請求項 6】 ケイ素化合物 (C) が、下記式 (2) で示。30 きれるケイ素化合物である、請求項 1 ~ 5 から選ばれる 1 項に記載の室温硬化性組成物

【化2】R5SiX5a・・・(2)

たた。、式中R)は炭素数1~20の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基、X¹は水酸基又は加水分解性基、bは0、1、2又は3でもる。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】 本発明は湿分存在下で硬化する室 温硬化性組成物に関する

[0002]

【徒生の技術】従生、例えばを成立リコーンを樹脂として知られるような、未端に加水分解性ケイ素基を有する各種の化合物の硬化反応を利用して、シードンで材、接着剤などに使用する方法はより知られており、工業的に有用な方法である。

【0003】そのような末端加水分解性ケイ素基を有する公知の重合体は、例えば特公昭45-36319号公報、特公昭46-17553号公報、特公昭61-18582号公報に提案されている

e e

【0004】未端加水分解性ケイ素基を有する重合体のうち、特に加水分解性ケイ素基としてアルコキシ、アル基を有する化合物では、室温硬化性を付与するためにいわゆる硬化触媒を使用することが通常行われる。そのような硬化触媒としては、カルボに酸り金属塩、酸性又は塩果性化合物などが用途によって使いなけられており、ないでも有機など化合物など又はファカカルボに酸塩が一般的である。

[(0()(0.5)]

【発明の解決しようとする課題】しかり、ドブチルスでジラウンで上、デブチルスでデアセナで上などの4価の有機でで化合物を触媒として使用し、前記会知例に提案されている比較的知い分子量のボニニーテル化合物をデバコで、化合物でつなぎもわせて高分子量化した後、加水分解性ケイ素基を導入する方法により製造された、加水分解性ケイ素基を有する重合体で、充填削などからなる混合物を硬化させた場合、硬化速度が1十分でもった

【0006】また、特心中1 58219号会報に提名されているような。アルキルスプオキ、上とルステル化合物との反応物を用いた場合には、常温での硬化速度はかなり改善されるが、冬期の使用などを考慮した場合。 低温での硬化速度が未だ不平分であった。

[0007]

1 1 .

【課題を解決するための手段】本発明では、硬化触媒として、ケイ素化合物(C)と有機とで化合物(D)とり反応物を用いることによりこのような欠点を解消することが可能となった。すなわら、本発明は水酸基及りごくは加水分解性基の結合したケイ素原子を含む任何を受けて1分子当り1個以上有する有機重合体(A)及び、その100重量部に対し、硬化触媒(B)として、水酸基及び、又は加水分解性基の結合したケイ素原子を含む低分子ケイ素化合物(C)と有機スで化合物(D)との反応物を0、01~10重量部を含有することを特徴とする室温硬化性組成物である。

【0008】本発明において、有機重合体(A)は、ボラシアルキル、ロキサン重合体、ボーブキンアルキル、 重合体、ボーデル・エスデルブロック共重合体、ビニル系重合体、ジニン系重合体なデの誘導体であることが好ました。 まして、どりわけ、ボーオキンアルキンン重合体の誘導体であることが好ました。複合全属:アン化物錯体 (ト)を触媒として開始剤にアルキン、プキンとを重合させて得られる数率均分子量5000円上のボリオキ、アルギ、と重合体(ト)の誘導体であることが特に好ま

【0009】複合全属シアン化物錯体(E)を使用することにより、従来のアルカド金属触媒を使用して製造したポリオキシアルキンに重合体よりM、/M。が狭し、より高分子量で、より低粘度のポリオキシアルキンシ連合体(E) が得られる。ここで、M、/M、は1.8以

下でもることが好ましい。

【ロロ11】 おりオキシアルキシン重合体(F)の官能 基数は2以上が好ました。2~4が特に好ましい。具体 的には、ボリオキシエデン。化合物、ボリオキシアロリン。化合物、ボリオキングチン(化合物、ボリオキング キンレン化合物、ボリオキ、ダモディチンン化合物及び ごくはこれらの共重合体が全にられる。

【0012】ボドナキシアがキンジ申合体(F)(よがた いシオキ、ド、アロリレジオキ、甲及びがたいラオキ、 どの名選ばれる少な、とも1種のアルキンジオキシボを 重合して得られる重合体であることが好ましい。

【0013】最も好まり(は、ボリオキンプロピンン) ナール、ボリオキショロセンントリオール及びボリオキ ショロピレンテトラオールである。また、下記(イ)や (二)の方法に用いる場合、アリル末端ホリオキシブロ センンモノオールなどのオンフィン末端のボリオキシア ルキレン重合体も好ましい。

【0014】ケイ素含有基は下記式(1)で示されるケイ素含有基が好ましい。

[0015]

【任3】 \cdot S + X, R¹₃, \cdot · · · (1)

ただし、式中R¹ は原素数1~20万置換もしくは非置換の1価の屋化水素基、X は水酸基又は加水分解性基、aに1、2又は3である。

【0016】式(1) 中のR* は原素数※以下のアルキル基、フェニル基(はフルオロアルキル基が好まし、 メチル基、エチル基、フロヒル基、フロペニル基、ブチル基、ベキミル基、ニクロペキェル基、フェニル基など が特に好ましい

【0018】次に有機重合体(A) か製造方法にペパご 説明する 本発明における有機重合体(A) は、下記 (イ)、(ロ)、(ハ)、(二)に述べるように、官能基を有するポリオキシアルキルに重合体の末端にケイ素含有基を導入して製造されるもりが好ましい。そのような化合物は室温で液状でもり、いつ、硬化物が比較的低温でも柔軟性を保持し、シーニンで材、接着剤などに利用する場合、好ましい特性を備立ている

【0019】(イ)官能基を有するポリオキシアルキンン化合物の末端にオンコーン基を導入したものと下記式(3)で表されるエドロンドン化合物を反応させる方法

[0020]

【作4】 $HS_1X, R^1, \dots (3)$

生だし、水中R 、X、同に前記に同じである

【0021】ここですレジュン基を導入する方法としては、不飽和基及び官能基を有する化合物をボーナキンアルキンン化合物の未端水酸基に反応させて、エーテル結合、エストル結合、ウレフン結合、カーボター上結合などにより結合させる方法、アルギレンボギンドを重合する際に、アニルグリンジルエールなどのオレジェン基含有エポキ、化合物を添加して共重合させることにより側鎖にオレジェン基を導入する方法もるいは不飽和基及び水酸基を有する化合物を開始剤としてアルキンンオキンドを重合する方法などが挙げられる。

【① 0 2 2】 (ロ) 官能基を有するポリオキミアルキン い化合物の末端に下記式(4)で表される化合物を反応 させる方法。

[0023]

【化5】 R¹。S + X, = R³ N C O・・・ (4) たた¹、式中 R¹、X、 a は前記に同し、R³ は炭素数 1~1 7 2 2 価度化水素基である。

【0024】 (い) 官能基を有するポリオキングルキンン化合物の未端にトリレンディブ、アネートなどのポリインンアネート化合物を反応させてイソンアネート基末端でした後、該イブンアネート基に「記式(5)で表されるケイ素化合物のW基を反応させる方法

[0025]

【化6】 R¹。 S 1 X。 R¹ W・・・ (5) たたし、式中R¹ 、R¹ 、X 、a は前記に同じ、Wは水 酸基、カルボキュル基、スルカコ:基及びです / 基(1 級又は2級)から選ばかた活性水素含有基である

【0026】(注) 官能基金有するポリアキシアルキン 1 化合物の末端にオープ・1 基金導入し、そのオーフィ 1 基と、Wがイルカフト基でも金面記式(5)で表されるケイ素化合物のイルカフト基金長は含物のイルカフト

【0027】ケイ素含有基数は完分子平切で1分子当り 1個以上である。

【0028】本発明における有機重合体(A)としては、数平均分子量5000~30000力有機重合体が使用できる。有機重合体(A)の数平均分子量が5000より低い場合は硬化物が硬一、かつ伸びが低いものに

5

なる 数平均分子量が30000を超えると硬化物の条 軟件及び伸びに問題ないが、該重合体自体の粘度 5 著し く高しなっていまい、実用性が低しなる 数平均分子量 は特に8000~300000が好ましい

【0029】 本発明に使用する硬化触媒(B)は、ケイ素化合物(C)と有機スズ化合物(D)との反応物でも
る

【ロロ30】ケイ素化合物(で)は、水酸基及ドイスは加水分解性基の結合にたサイ素原子を含むケイ素含有基を存する低分子サイ素化合物である。下記式(2)で示。10されるケイ素化合物が特に好ましい。

[0031]

【化7】R/SiX4···(2)

た生)、式中R^E は炭素数1~20の置換も与しは非難 換の1個の炭化水素基、X^E は水酸基又は加水分解性 基、b は0、1、2又は3でもる。

【0032】式(2)中のR: は炭素数8以下のアルギール基、フェニル基とはアルナロアルギル基が好まし、 メモル基、エモル基、アロリル基、アロペニル基、アルペニル基、アル ル基、ベギ、ル基、、クロペギ、ル基、フェニル基な子 20 浮物に好ましい

【0033】式(2) 中のX¹としては、ハロケン原子、アルコキ、基、アセトキ、基、ア・ルナキ、基、ア ミド基、アミノ基、アミノナキン基、ケトキンメート 基、サドリド基が例示される。X¹は戊素原子を有する 加水分解性基が好まして、茂素数4以下の低級アルコキ シ基、とりわけメデキ、基やエトキン基、アロボキ、 基、コローバールナキシ基が特に好ましい。

【0034】具体的にはデトラニチル、リケートなどのデトラアルコキシンラン:トリストキンメチルンラン、トリニトキシメチルンラン、カリメトキンピニルンランなどのトリアルコキン、ランニンストキンジメチルンラン、デエトキンジメチルンラン、デエトキンジメチルンラン、カーキシーフスコキングラン、カーキングロロンランなどのチンアルコンランではロンラン、シスチルンプロロンランなどのクロロンラン類:アメチルンプロロンランなどのアセトキンジランなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングンなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングン類:Nートリメチルンリルアセトアシーなどのアセトキングンがあるの加水分解物が挙げられる。

【0035】取扱の容易さや、硬化体の物性の関係を考えるとアルコキュニッと類、特にごアルコキュニッとが必要もして

【0036】有機27化合物(D)をしては、してきルスプオキュード、ジオクチルスプオキュードなどのアプオキュー類: ごごチルスプシラウレート、ごごチルスプジアセテート、ジブチルスプラレート、ごチルスズビフアルキルマニニー・エステルなどのカルボン酸塩: ジゴチルスプジアトキシーでをのスプアルコキミー類: ジゴチルスプピフアセチルアセッナートなどのスプキンート: 50

三共有機合成(株)の#918のようなジアルギルスズ オキシド・エステル化合物の反応物などの公知の化合物 当使用できる。また、最新明者らが特開来6、1686

が使用できる。また、本発明者らが特開平6 - 1 6 8 6 8 号に提案)とような、非対称型のスプアルコキ、ご類なども使用できる。

【003~】ケイ素化合物(C)と有機スズ化合物

(1) との反応は、例えば、N 置機。たつのグロ中で、常温~180です~10時間撹拌することによって行うことができる。これまでも用途によってに脱水剤やモジュウス調整剤として、配合中に同様のケイ素化合物が添加される場合ももったが、その場合にはそれらケイ素化合物には硬化を大き、促進するような作用はない。つまり、もらからめるで化合物と混合くは加熱混合に反応させておってとより、本発明に示じような高い触媒活性(特に低温時におにる)が得られる。

【ロロ38】ゲイ素化合物(C)と有機スプ化合物

(D) の反応せか比は任意に選択ささる。低温硬化性を顕著に改憲するためには(D) (C) → 1, (0, 1 ~ 1, (1 0 ○範囲が好ま! (D) (C) → 1, 0. 5 ~ 1 (5 が特に好ま! い

【0039】硬化触媒(B)の使用量としては、有機重合体(A) 100重量部に対し、0.001~10重量部の範囲で使用するのかよく、0.01~5重量部使用するのか特に好ましい。

【0040】本発明の組成物は充填剤、補強剤、タレ出め剤、名着剤などを含有してもまい。充填剤としてはタルク、クレイ、、じのなどか、補強剤としてはカーキンプラーク、微粉末シリカなどか、顔料としては酸化鉄、酸化クロム、酸化チタンなどの無機節料及りでクロンでエンブルー、でクロンでエングリーンなどの有機節料が、タン止め剤としては有機酸処理度酸カルシウム、水添びまし油、ユデアリン酸カルシウム、スプアリン酸曲鉛、微粉末シリカなどが、名着剤としてはアミノンがシ、エボキン・ランなどが、挙げられる

【0041】本発明においては任意に可塑剤が使用できる。可塑剤としては、公知の可塑剤が使用でき、具体的には、244酸。マチル、マタル酸、マチル、マタル酸、マチル・シンルなどのマタル酸エステル類(アジヒン酸、マチルチル、マルク酸、イブデル、カバン、酸、ブチル、オレイン酸でチルなどの脂肪が力が対し酸エステル、マルノのエーフェールエフテルなどのでは、成まりアンシルなどので、酸エフテル類に、酸ドーマケチル、「一酸ドーアンシルなどのでは、エのキースペアで、酸ペ、デルなどのはままず、可塑剤に塩素化・ランスとなどが単独区は2種以上の混合物で使用できる

【0042】水発明の組成物は、さらに公知の種々の添加剤などを含むことができる。添加剤としては、アニノール樹脂、エポキン樹脂などの接着付与剤、各種の老化防止剤、紫外裡吸取剤などが使用できる。

【0043】本発明の室温硬化性組成物は、室温で湿分

t

7

存在下で硬化し、特に弾性シーラント用、接着剤用として使用できる。

[()()44]

【実施例】以下に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明にこれらに限定されない。まず参考例1~3により有機重合体(A) り製造例を示す。次に参考例4~8により硬化触媒(B) の製造例を示す。

【0045】「参考例1」特開車3-72527号公報記載の方法により、分子量1000のデエチンング」コール・プロセン、オキンド付加物を開始剤として亜鉛へキサンドの重合を行い、数平均分子量19000、M。シートンドの重合を行い、数平均分子量19000、M。シート、が1、38のボリオキ、プロセンンデオールを得、未端水酸基をアールオキン基に変換し、さらに塩化白金酸を触媒としてメチルジメトキシンジンを付加反応させ、1分子省り平均1、6個の加水分解性ケア素基を存する有機重合体(P1)を得た

【0046】 「本考例2 特開平3 - 72527 対公報 記載の方法により、分子量1000のグラセジン・コロ セン。ナキンド付加物を開始剤として亜鉛へキサンア / 20 コパルテートグライム錯体にてプロビンにオキシドの重 合を行い、数平均分子量15000、M. / M. が1. 42のポリナキ、プロビンントリオールを得、末端水酸 基をアリルオキ、基に変換し、さらに塩化白金酸を触媒 としてメチルジストキシンの1を付加反応させ、1分子※

* 当り平均1. 4個の加水分解性ケイ素基を有する有機重合体(P2)を得た。

【0047】 [参考例3] 特公昭61-49332号公報記載の方法に基づき、数平均分子量4000のポリポンプコピレンごすールをプロモクロロメタンと反応させ、さらに未端水酸基をアリルクロードと反応させて、末端アリルでも、基づした後、さらに塩化自金酸を触媒としてメチルジストキンンランを付加反応させ、有機重合体(P3)を得た。この有機重合体のポリオキレフロセンンジナール換算の数平均分子量は11000、M、厂M。(12、3であった

【 0 0 4 8 】 [巻考例 4] ジー n ープチルスズジョウレー・1 0 . 0 g (0 . 0 1 5 モル) (ご対し、デトラエドキテンジン3 . 3 g (0 . 0 1 5 モル) を加え、ガラス製反応器中 N - 雰囲気下で撹拌しなから 1 3 0 C 、3 時間反応させ、硬化触媒 (B 1) を得た

【0049】 [巻考例5] 特開半6 16868号公報 記載のデーローでチルスズ (アセチルアセトサート) (2 エチルパキンルオキンド) (化8に構造を示す) 10.0g(0.022モル) に対し、ジメチルディ: キェンジン2.60g(0.022モル) を加え、ガラス製反応器中N。雰囲気下で撹拌したがら60℃、3時間反応させ、硬化触媒(B2)を得た。

[0050]

【化8】

【0051】 [参考例6] デーn・プチルスプピフアセチルでセトナー: 10.0g (0.023年ル) に対し、デメチルディトキー: ウン2.78g (0.023年ル) を加え、カラス製反応器中N。雰囲気上で撹拌しながら60C、3時間反応させ硬化触媒 (F3) を得た

【0052】 [巻考例7] 特開平6-16868号公報 記載のデーn プチルスズ (アセチルアセナナート) (2・エチルペキンルプキント) (化8に構造を示力) 10.0g (0.022+ル) に対し、ディチルディト キェエラン1.30g (0.011+ル) を加え、ガラス製反応器中区 な囲気上で撹拌しなかえ60℃、3時間反応させ、硬化触媒(147)を得た

【0053】 [参考例8] 特開平6-16868号公報 記載のジーn。プチルフプ (アセチルアセトナート) (2-エチルペキシルプキント) (化8に構造を示す) 10.0g (0.022モル) に対し、ビエルトリメトキシシラン1.63g (0.011モル) を加え、ヴラス製反応器中N 雰囲気下で撹拌したから60C、3時 間反応させ、硬化触媒(B 8)を得た。

【0054】[実施例1] 参考例1で得られた有機重合体 (P1) 100重量部に対し、膠質炭酸カルシウム (自石カルシウム (柱) 製、白艶華(CR) 75重量部、重質炭酸カルシウム (白石カルシウム (株) 製、ボワストンSB) 75重量部、KBM603を2重量部、水添にマン油3重量部、酸化チタン20重量部、アタル酸ドオクチル50重量部を加え、湿分の入らない条件上で混練後、参考例4で合成した硬化触媒(B1)を2重量部活加工、よっ混合し、組成物を得た。混合物を二分し、その一方を空温上に放置し3時間後、6時間後及712時間後の硬化状態をみた。結果を表1に示す。

【0055】 [実施例2~5及び比較例1~5] 表1、 2に小す組成の混合物を実施例1と同様にして調製し、 硬化料態をみた。たたし、比較例3、5にあってはジメ トキシジメチルシシンは硬化触媒B5又はB6と同時に 添加した。結果を表1、2に記す

10

【0056】なお、表中の単位はすべて重量部でもるまた、文中又は表中に示した硬化触媒及び、シランカップリング剤、その他の内容は以下の通りである。

【0057】(硬化触媒)

B4:ジャnープチルフブジラウレート、

B5:ジーn =ブチルフズ (アセチルアセトナート)

(2 エチルハキシルオキシ!)、

B6: ジーnープチルスズビスアセチルアセトナート

【0058】(シランカップニング剤)

KBM603:3~ (2~アミノエチル) アミノフロビ 10 OR (R^c 、Rは1価の有機基) で表されるケイ素化 ルトリメトキシシラン (信越化学(株) 製)、 合物(C)の反応生成物が優れた硬化触媒となっている

KIM602:3- (2-r) アミノプロヒルメチルジメトキシシラン(信越化学(株)製)、

KBM403:3-グリシドキシフロビルトリメトキシ

シラン(信越化学(株)製)

*【0059】 (その他)

エボキシ樹脂: エピコート828 (油化シェルエボキシ (株)製)

【0060】実施例1、2、3をそれぞれ比較例1、2、4と比べると硬化性、特に低温での硬化性が向上することが明らかである。また比較例3、5は組成物中にジメトキシジメチルシランを加えているため実施例2、3と同一の組成であるが、硬化性は向上していない。すなわら本発明による、有機スズ化合物(D)とRESiOR(R²、Rは1価の有機基)で表されるケイ素化合物(C)の反応生成物が優れた硬化触媒となっていることが明らかである

[0061]

【表1】

				実	施	例	
			1	2	3	4	5
	有機重1	合体 (A) P1	100	-		_	_
		P 2	-	100	50	100	100
		P 3	_		50	-	_
	膠質炭	後カルシウム	75	75	120	75	75
組	重質炭	接カルシウム	75	75	30	75	75
	квм	603	2.0	_	-		_
	квм (602	-	2.0	_	2.0	2.0
成	KBM4	4 0 3	-	1.0	2.0	1.0	1.0
	水添ひ		3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	エポキシ	-	-	5. D	-	-	
物	酸化チタン		20	20	5.0	20	20
	フタル酸ジオクチル		50	50	50	50	50
	硬化触媒 B1		2.0	-	-	-	-
	B 2		-	2.0	-		-
İ		В З	_	-	2.0	-	-
		В 7	-	-	-	2.0	-
	B 8				-	_	2.0
	20℃	3時間後	0	0	Δ	0	0
硬		6 時間後	O	0	0	0	0
化		12時間後	C	0	0	0	0
状態	5 °C	3 時間後	Δ	0	Δ	0	0
, "	- ·	6時間後	\circ	o	0	G	o
		12時間後	0	0	Ö	Ö	0

				比	較	多】	
			1	2	3	4	5
	有機重合	合体(A) P 1	100	~-	_	_	_
		P 2	-	100	100	50	50
		Р3	_	-	-	50	50
	膠質炭酮	変カルシウム	75	75	75	120	120
組	重質炭配	変 カルシウム	75	75	75	30	30
i	K B M 6 O 3		2.0	_	_	_	8
	квме	6 0 2	_	2.0	2.0	-	_
成	KBM4	103	_	1.0	1.0	2.0	2.0
	水添ひまし油		3.0	3.0	3.0	1.0	1.0
	エポキシ樹脂		_	-	_	5.0	5.0
物	酸化チタン フタル酸ジオクチル		20	20	20	5. C	5.0
			50	50	50	50	50
	硬化触媒 B4		2.0	-	_	_	_
		B 5	_	2.0	2.0	-	_
	В 6		-	-	-	2.0	2.0
	ジメトキシジメチルシラン				0.5	-	0.5
	200	3 時間後	×	Δ	Δ	×	×
硬		6 時間後	Δ	0	0	Δ	Δ
化		12時間後	0	0	0	0	0
状態	5 °C	3時間後	×	×	×	×	×
		6時間後	×	Δ	Δ	×	×
		1 2 時間後	Δ	0	0	Δ	Δ

[0063]

【発明の効果】加水分解性ケイ素基を有する有機重合体と本発明で使用する硬化触媒との組合せは、従来知られ*

* ているものに比較して、組成物が速く硬化し、特に低温 での組成物の硬化が速いという効果を有する

フロントページの続き

(72) 発明者 土居 孝夫

※ (72) 発明者 早川 聖子

211

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社中央研究所内 神奈川県横浜市金沢区長浜1= 7-3-

开究所内 ※40